

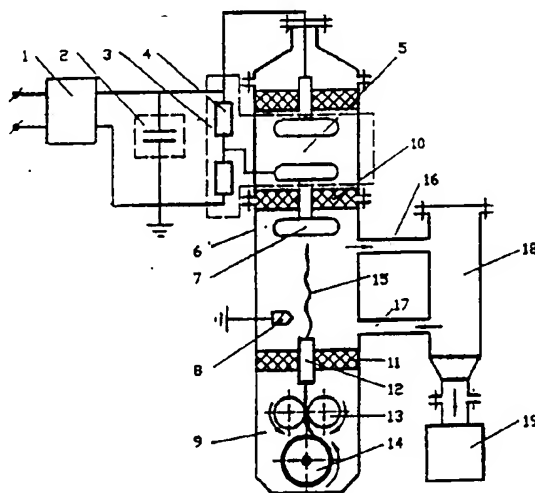
РСТ

ВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
Международное бюроМЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ
С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(51) Международная классификация изобретения: B22F 9/14	A1	(11) Номер международной публикации: WO 92/17303 (43) Дата международной публикации: 15 октября 1992 (15.10.92)
(21) Номер международной заявки: PCT/RU92/00064 (22) Дата международной подачи: 31 марта 1992 (31.03.92) (30) Данные о приоритете: 4947132/02 4 апреля 1991 (04.04.91) SU 5004107/02 18 июля 1991 (18.07.91) SU (71) Заявитель (для всех указанных государств, кроме US): АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО СЕРВЕР [RU/RU]; Таллинн EE0001, а/я 3279 (RU) [AKTSI-ONERNOE OBSHCHESTVO SERVER, Tallinn (RU)]. (72) Изобретатели: и (75) Изобретатели / Заявители (только для US): ЯВОРСКИЙ Николай Александрович [RU/RU]; Томск 634002, ул. Тверская, д. 57, кв. 82 (RU) [YAVOR-SKY, Nikolai Alexandrovich, Tomsk (RU)]. ДАВЫДОВИЧ Валерий Иванович [RU/RU]; Томск 634021, ул. Лебедева, д. 105, кв. 211 (RU) [DAVYDOVICH,		Valery Ivanovich, Tomak (RU)). БИЛЬ Борис Андреевич [RU/RU]; Томск 634040, Иркутский тракт, д. 186, кв. 49 (RU) [BIL, Boris Andreevich, Tomak (RU)]. (74) Агент: ДЕМЕНТЬЕВ Владимир Николаевич; Москва 113114, Дербеневская ул., д. 13/17, корп. 4, кв. 35 (RU). [DEMENTIEV, Vladimir Nikolaevich, Moscow (RU)]. (81) Указанные государства: АТ (европейский патент), БЕ (европейский патент), СН (европейский патент), СБ, DE (европейский патент), ДК (европейский патент), ЕС (европейский патент), FR (европейский патент), GB (европейский патент), GR (европейский патент), IT (европейский патент), JP, LU (европейский патент), MC (европейский патент), MN, NL (европейский патент), SE (европейский патент), US. Опубликовано С отчетом о международном поиске.

(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR OBTAINING HIGHLY DISPERSIVE POWDERS OF NON-ORGANIC SUBSTANCES

(54) Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И УСТАНОВКА ДЛЯ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ



(57) Abstract

A method for obtaining highly dispersive powders of non-organic substances by explosion of metal blanks by means of an electric current pulse in a gaseous medium under a high pressure, at a specific density of the energy applied to the blank ranging from 0.9 of the sublimation energy of the metal of the blank to the energy of its ionization, during no more than 15 msec. An installation for obtaining highly dispersive powders by the above-mentioned method comprises an electric energy accumulation (2), a reactor for explosion of a metal blank (6) with two electrodes (7, 8), and a mechanism for feeding the blank (9). One of the electrodes of the reactor (8) is earthed and mounted at a distance from the blank of 5-10 diameters and at a distance from the feeding mechanism of 20-40 diameters. In order to increase the precision of maintaining the desired parameters, the mechanism for feeding the blank is provided with a unit for shaping the latter into a spiral form (12). The electrode (7) of the reactor is connected to the electric energy accumulator through a switch (3) consisting of a voltage divider (4) and a two-electrode discharge arrester (5).

- 5 Способ получения высокодисперсных порошков неорганических веществ путем взрыва металлических заготовок импульсом тока в газовой среде при повышенном давлении, при удельной плотности передаваемой на заготовку энергии от 0,9 энергии сублимации металла заготовки до энергии его
- 10 ионизации в течение не более 15 мкс.

- Установка для получения высокодисперсных порошков данным способом содержит накопитель электрической энергии (2), реактор для взрыва металлической заготовки (6) с двумя электродами (7-8) и механизм подачи заготовки
- 15 (9). Один из электродов реактора (8) заземлен и установлен на удалении от заготовки, равном 5-10 ее диаметрам и от механизма подачи - 20-40 диаметрам. Для повышения точности поддержания заданных параметров механизм подачи заготовки снабжен узлом придания ей спиралевидной формы (12). Соеди-
- 20 нение электрода (7) реактора с накопителем энергии осуществлено через коммутатор (3), состоящий из делителя напряжения (4) и двухэлектродного разрядника (5).

ИСКЛЮЧИТЕЛЬНО ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ИНФОРМАЦИИ

Коды, используемые для обозначения стран-членов РСТ на титульных листах брошюр, в которых публикуются международные заявки в соответствии с РСТ.

AT	Австрия	ES	Испания	MG	Мадагаскар
AU	Австралия	FI	Финляндия	ML	Мали
BB	Барбадос	FR	Франция	MN	Монголия
BE	Бельгия	GA	Габон	MR	Мавритания
BF	Буркина Фасо	GB	Великобритания	MW	Малави
BG	Болгария	GN	Гвинея	NL	Нидерланды
BJ	Бенин	GR	Греция	NO	Норвегия
BR	Бразилия	HU	Венгрия	PL	Польша
CA	Канада	IT	Италия	RO	Румыния
CF	Центральноафриканская Республика	IE	Ирландия	RU	Российская Федерация
CG	Конго	JP	Япония	SD	Судан
CH	Швейцария	KP	Корейская Народно-Демократическая Республика	SE	Швеция
CI	Кот д'Ивуар	KR	Корейская Республика	SN	Сенегал
CM	Камерун	LI	Лихтенштейн	SU	Советский Союз
CS	Чехословакия	LK	Шри Ланка	TD	Чад
DE	Германия	LU	Люксембург	TG	Того
DK	Дания	MC	Монако	US	Соединенные Штаты Америки

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И УСТАНОВКА ДЛЯ ЕГО
ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ**

Область техники

5 Настоящее изобретение относится к процессам получения высокодисперсных порошков неорганических соединений, в частности, порошков металлов, оксидов, карбидов и нитридов и к используемым для осуществления этих процессов установкам.

10 **Предшествующий уровень техники**

Известен способ получения металлических порошков путем электрического взрыва металлических проволок в газовых средах. При изменении электрических параметров, например, при увеличении напряжения заряда конденсаторов размер частиц порошка уменьшается. (См., например, патент США № 3634040, кл. С 23 С 13/12, опубл. 1970 г.)

15 Основным недостатком этого способа является невозможность получения порошков с размером частиц менее 0,2 мкм, что ухудшает качество получаемых порошков и сужает область их применения.

Известен также способ получения ультрадисперсных порошков металлов и оксидов металлов с диаметром частиц около 0,02 мкм в генераторе аэрозолей с электрически распыляемыми проволоками. Способ предусматривает пропускание 25 через проволоку импульса тока большой мощности. При этом происходит нагревание проволоки до нескольких тысяч градусов, ее частичное испарение и взаимодействие с окружающей средой. (См., например, F.G.Karioris, B.R.Fish "An Exploding Wire Aerosol Generator". I.Golloid.Sci, 1962, 17 p.156-161

30 Основным недостатком этого способа является невозможность регулирования состава получаемого продукта и получение многокомпонентных систем металл - его соединение.

Известен также способ получения высокодисперсных порошков металлов, оксидов и нитридов металлов и сплавов путем взрыва металлической проволоки в газовой среде (воздухе, азоте). Получаемые частицы оксидов (Fe_3O_4 , NiO , NiFe_2O_4) или нитридов-оксидов (TiN-TiO_2) имеют

- 2 -

размеры частиц менее 0,5 мкм и сферическую форму. Энергию разряда меняли, создавая различные напряжения в пределах 8 - 25 кВ. (См., например, К.Каса "Получение металлических порошков путем взрыва проволоки и их свойства" "Фунтай оеби фуммау якин", 1973, т.20, № 3, с.67-70).

Наиболее близким к описываемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения высокодисперсных порошков неорганических веществ, в частности металлов (титана, никеля, ниобия, вольфрама, молибдена, тантала, железа), включающий взрыв металлических заготовок под воздействием импульса тока в газовой среде - аргоне и гелии под давлением 1-100 атм. В результате были получены порошки с размером частиц 0,01-0,2 мкм сферической формы, которые являются монокристаллами. (См., например, Г.П.Глазунов, В.П.Канцедаль и др. "Некоторые свойства мелкодисперсных порошков, полученных электрическим взрывом проводников в газе высокого давления", журнал "Вопросы атомной науки и техники", серия: Атомное материаловедение, Вып. I, М., 1978, с.21-24).

Основными недостатками этого способа являются наличие в порошках большой доли частиц размером более 0,5 мкм, очень большой разброс частиц по размерам от 0,01 до 1 мкм и более, высокая температура спекания, близкая к таковой для грубодисперсных порошков.

Известна установка для получения порошков металлов, состоящая из камеры, заполненной инертным газом, снабженной водяной рубашкой для охлаждения камеры, изоляционными втулками, электродами и подающими роликами, осуществляющими подачу металлической заготовки - проволоки внутрь камеры, кроме того, установка включает конденсатор и балластное сопротивление. (См. авторское свидетельство СССР № 103068, кл. В 22 F 9/00, 1949 г.).

Недостатком этой установки является низкое качество получаемых порошков и высокие энергозатраты на процесс.

Известна также установка аналогичного назначения с электроразрядным устройством, содержащим корпус с высоковольтным токоподводом и основанием с установленным на нем

внутри корпуса направляющим механизмом, узел захвата и подачи проводников возвратно-поступательного типа, размещенный внутри корпуса, и барабаны с проводниками, в котором

5 узел захвата и направляющий механизм отделены изоляцией от высоковольтного токоподвода и заземленных элементов устройств и снабжены дополнительными электродами, укрепленными с зазорами, причем величина зазора между электродами и проводниками равна диаметру проводника, а зазор

10 между электродами, узлом захвата и направляющим механизмом составляет не менее 2 мм. (См. авторское свидетельство СССР № 890299, кл. G 01 v I/04, 1980 г.).

Основным недостатком этого устройства является недостаточно высокое качество получаемых порошков, их неоднородность и высокие энергозатраты.

15

Наиболее близкой к описываемому изобретению в части установки для получения высокодисперсных порошков неорганических материалов электрическим взрывом является установка, включающая источник питания электроэнергией, содержащий накопитель, реактор для взрыва металлической заготовки-проволоки, снабженный двумя электродами, один из которых заземлен, а второй - изолирован от корпуса и подсоединен к накопителю, и механизм подачи заготовки. (См. авторское свидетельство СССР № 829199, кл. В 22 F 9/14,

20 1979 г.).

Основными недостатками этой установки, как и других известных, являются высокие энергозатраты, низкий ресурс работы и неудовлетворительное качество получаемого порошка.

Раскрытие изобретения

30 В основу изобретения положена задача получения высокодисперсных порошков неорганических веществ, имеющих высокую дисперсность, однородность, плотность и низкую температуру спекания при малых энергозатратах.

Поставленная задача решается способом получения высокодисперсных порошков неорганических веществ путем взрыва

35 металлических проволочных заготовок под воздействием импульса тока в газовой среде под повышенным давлением. Воздействие осуществляют импульсом тока при удельной энергии, передаваемой на заготовку, равной от 0,9 энергии

сублимации металла до энергии его ионизации в течение не более 15 мкс, при этом используют заготовки с диаметром 0,2-0,7 мм.

5 Согласно изобретению в качестве заготовки можно использовать проволоку не только из металлов, но и из сплавов металлов.

В частности, используют металлы и сплавы, имеющие отношение энергии ионизации к энергии сублимации равное
10 или более 0,9.

Причем, используют металлы и сплавы, имеющие отношение удельных сопротивлений металла в жидком и твердом состоянии равное или более 1.

Используют металлы, выбранные из ряда: алюминий, оло-
15 во, медь, серебро, никель, железо, вольфрам, молибден.

Используют сплавы, выбранные из ряда: латунь, никель-хром, железо-никель.

В частности, используют сплавы состава (% масс): 80 никель - 20 хром, 50 железо - 50 никель.

20 Для всех металлов и сплавов взрыв осуществляют в газовой среде с использованием газов, выбранных из группы: водород, гелий, аргон.

Возможно также использование в качестве газовой среды воздуха, а также таких газов как азот, ацетилен или их
25 смеси с аргоном или гелием.

Процесс осуществляют под давлением $(0,5-10) \cdot 10^5$ Па.

Преимущество предлагаемого способа заключается в том, что благодаря вышеуказанной технологии получения высоко-
30 дисперсных порошков неорганических веществ происходит од-
нородный нагрев металлической заготовки без обмена энергией с окружающей средой. Заготовка плавится и разрушается на мельчайшие частицы и пар. Продукты разрушения заготовки разлетаются со скоростями, превышающими 1 км/сек и очень быстро охлаждаются. Поскольку процесс образования частиц
35 протекает очень быстро, то часть материала оказывается в аморфном состоянии. В результате формируются частицы со сложной структурой, обладающие целым рядом положительных свойств.

Указанная технология обеспечивает высокую чистоту получаемого порошка и приводит к формированию частиц структурно неоднородных, содержащих зоны порошка упорядоченного строения и зоны порошка в аморфном состоянии.

5

Размер структурных элементов частиц 0,01-0,05 мкм.

Такие порошки обладают низкой температурой спекания, высокой дисперсностью, однородностью и плотностью, а также высокой химической активностью в различных гетерогенных

10

процессах.

Проведение процесса при несоблюдении хотя бы одного из заявленных параметров не позволяет эффективно решить задачу получения качественного порошка и снижает эффективность процесса.

15

При воздействии на заготовку импульсом тока при удельной энергии, составляющей 0,8 от энергии сублимации металла будет происходить медленное разрушение проводника (заготовки) на крупные части и даже куски проволоки и порошок нужного качества не образуется.

20

При увеличении удельной энергии до величины, большей энергии ионизации металла, происходит ухудшение свойств высокодисперсного порошка (укрупнение частиц, образование частиц несферической формы) и снижение КПД использования энергии (появляются бесполезные затраты энергии на ионизацию, которая отрицательно влияет на свойства УДП).

25

Необходимым условием эффективного проведения процесса является также время воздействия импульсом тока на заготовку. При времени воздействия более 15 мкс происходит снижение скорости охлаждения и образуются укрупненные частицы с некачественными характеристиками.

30

Если величина диаметра исходной проволочной заготовки будет менее 0,2 мм, то при соблюдении всех прочих условий процесса это приведет к значительному снижению производительности способа, усложнению технологии подачи проволоки.

35

Если величина диаметра заготовки будет больше 0,7 мм, то это приведет к невозможности согласования параметров проводника (заготовки) и электрического контура. Снижается коэффициент использования энергии, ухудшается качество продукта.

Соблюдение совокупности параметров согласно настоящему изобретению обеспечивает получение высокодисперсных порошков, обладающих сферической формой частиц с размером менее 0,5 мкм, имеющих высокую однородность и плотность. Порошки спекаются при очень низких температурах, поглощают электромагнитное излучение в широком диапазоне длин волн.

Свойства порошков неорганических материалов, получаемых электрическим взрывом металлических заготовок, зависят от размера частиц. Основным параметром, определяющим средний размер частиц \bar{a} , является удельная энергия E (Дж/г), введенная в проводник, причем $\bar{a} \sim E^{-3}$. В свою очередь, введенная в проводник удельная энергия зависит от множества параметров: параметров разрядного контура, материала и геометрических размеров взрывающейся металлической заготовки, характеристик газовой среды, в которой взрываются эти заготовки.

Значения большинства из этих параметров поддерживать с необходимой точностью в технологическом процессе не представляет проблемы. Однако, есть три параметра: рабочее напряжение U_0 , сечение заготовки S , и длина заготовки L , поддержание значений которых с необходимой точностью представляет основную проблему. Для ясности приводим характер зависимости удельной введенной энергии от этих параметров:

$$E \sim (U_0^3, S^{-2}, L^{-2})$$

Из уравнения ясно, что значения указанных параметров должны задаваться и поддерживаться с максимально возможной точностью.

Для решения этой задачи используется установка для получения высокодисперсных порошков неорганических материалов электрическим взрывом, включающая источник питания с накопителем электрической энергии, реактор для взрыва металлической заготовки, снабженный двумя электродами, один из которых заземлен, а второй подсоединен к накопителю и изолирован от корпуса, и механизм подачи заготовки. Заземленный электрод установлен по отношению к заготовке с зазором, равным 5-10 диаметрам заготовки и на удалении

от ее конца, выходящего из механизма подачи заготовки, равном 20-40 диаметрам заготовки.

Механизм подачи заготовки изолирован от корпуса и имеет на выходе узел деформации проволоки, который, в частности, выполнен в виде втулки с соосно установленным в ней стержнем со спиральевидным каналом на поверхности стержня или на внутренней поверхности втулки, причем параметры канала выбраны из соотношения:

10 $2 < H/D < 10 \quad 1 < D/d < 20$, где
H - шаг канала, D - диаметр канала, d - диаметр заготовки.

Изолированный от корпуса электрод реактора соединен с накопителем энергии через коммутатор, состоящий из делителя напряжения и двухэлектродного разрядника, причем делитель подсоединен параллельно накопителю, а низковольтное плечо делителя подсоединено к электроду разрядника, соединенному с реактором.

Установка имеет сборник порошка, соединенный патрубками с реактором.

В результате указанных особенностей установки обеспечивается стабилизация напряжения, подаваемого на электроды, контроль за длиной проводника и синхронизация запуска разрядника с моментом, когда проводник займет нужное положение. Конструкция позволяет задавать и контролировать длину взрываемого отрезка проволоки с точностью 1-2%, тогда как в известных конструкциях, эта точность составляет 10%. Кроме того, таким путем контролируется и рабочее напряжение с точностью $\leq 1\%$, что обеспечивает экономное использование энергии.

Оптимальные величины зазоров, кроме того, обеспечивают надежность работы реактора и всей схемы, так как предотвращается эрозия электродов и налипание материала заготовки на электроды. Эрозия электродов в известных установках загрязняет получаемый продукт материалом электрода, появляются крупные частицы и ухудшается качество целевого продукта. Конструкция реактора, согласно изобретению, позволяет предотвратить эти недостатки, обеспечивает высокое качество целевого продукта и увеличивает ресурс работы

конструкции.

Контроль за длиной взрываемого проводника только по зазору не обеспечивает полной надежности, так как зазор
5 может быть в допуске, а сам проводник искривлен и, причем, каждый раз по разному. Это приведет к тому, что длина взрываемого проводника будет изменяться, что может повлиять на качество порошка. Имеющийся в предлагаемой установке узел деформации заготовки (придания ей спиральевидной
10 формы) сообщает проволоке осевую жесткость, повышая тем самым точность задания длины заготовки.

Краткое описание чертежей

На фиг.1 изображена установка для получения порошков, на фиг.2 - реактор для взрыва металлической заготовки,
15 на фиг.3 - узел деформации заготовки.

Лучший вариант осуществления изобретения

Установка для получения высокодисперсных порошков электрическим взрывом, служащая для осуществления способа, согласно настоящему изобретению, и сама являющаяся объектом изобретения, состоит из источника питания, включающего
20 зарядное устройство 1, емкостной накопитель энергии 2 и коммутатор 3, который, в свою очередь, включает делитель напряжения 4 и двухэлектродный разрядник 5; реактора, состоящего из металлического корпуса 6, двух электродов 7 и
25 8, механизма подачи заготовки 9. Электрод 7 изолирован от корпуса реактора изолятором 10. Электрод 8 соединен с корпусом и заземлен. Механизм подачи размещен на изоляционном основании 11 и включает в себя узел деформации проволоки 12, подающие ролики 13, катушку с проволокой 14 и
30 взрываемый отрезок проволоки 15. Реактор патрубками 16 и 17 соединен со сборником порошка 18, который имеет емкость для порошка 19.

Узел деформации проволоочной заготовки состоит из втулки 20 и стержня 21, на поверхности стержня и/или на
35 внутренней поверхности втулки выфрезерована спиральная проточка 22 для формирования спирального отверстия, через которое пропускается проволоочная заготовка. Заземленный электрод 8 установлен на расстоянии $S = (5-10) d$ от взрываемого отрезка проволоки 15. Расстояние S_2 между

- 9 -

электродом 8 и узлом деформации 12 выбирается из условия
 $s = (20-40) \text{ д}$

- Осуществление способа согласно изобретению с использованием рассматриваемой установки происходит следующим образом. Включают источник питания электроэнергией 1, заряжают накопитель 2 до напряжения U_0 . Включают механизм подачи заготовки 9, подающими роликами 13 через узел деформации 12 заготовку 15 помещают между электродами 7 и 8.
- 10 После того, как заготовка займет заданное положение (удаление ее конца от электрода 7 будет иметь величину s_3) под действием напряжения U_1 происходит пробой зазоров между электродом 7, заготовкой и электродом 8. В результате электрод 7 заземляется, запирающее напряжение U_1
- 15 снимается, происходит включение разрядника 5, энергия накопителя 2 подводится к заготовке 15 и происходит ее взрыв с образованием высокодисперсных частиц, которые разлетаясь, взаимодействуют в камере реактора с газовой средой, охлаждаются, в результате чего образуется высокодисперсный
- 20 порошок, который через патрубок 16 поступает в сборник порошка 18, где улавливается и ссыпается в емкость для порошка 19. Газовая среда через патрубок 17 возвращается в камеру реактора.

Проведение способа иллюстрируется ниже рядом примеров.

- 25 При этом под энергией сублимации e_c понимается энергия, необходимая для испарения металла из твердого состояния при нормальных условиях, а под энергией ионизации e_u - энергия, необходимая для отделения электрона от частиц металла.

30 Пример I

- Осуществляют получение высокодисперсного порошка нитрида алюминия путем взрыва алюминиевой проволоки в атмосфере азота. Используют электротехническую алюминиевую проволоку марки А995Д с диаметром 0,40 мм, длина взрываемого от-
- 35 резка 100 мм. Емкость накопителя $1,7 \cdot 10^{-6} \text{ ф}$, индуктивность контура $1,2 \cdot 10^{-6} \text{ Гн}$, зарядное напряжение 38,5 кВ. Энергия сублимации алюминия $e_c = 33 \text{ Дж/мм}^3$, энергия ионизации алюминия $e_u = 57 \text{ Дж/мм}^3$, отношение $e_u/e_c = 1,73$. Отношение удельных сопротивлений алюминия в жидком и твердом

- 10 -

состоянии $\rho_{ж}/\rho_{г} = 2,2$. Перед наработкой порошка камера взрыва вакуумируется и заполняется газовой средой - азотом марки ХЧ до давления $10 \cdot 10^5$ Па. На заготовку подавалась энергия 45 Дж/мм^3 . Это больше $0,9 e_c$ и меньше e_u . Энергия на заготовку подавалась в течение $3,3 \text{ мкс}$. Нарботано 1230 г порошка. Выход нитрида алюминия $98,2\%$. Удельная поверхность порошка $24 \text{ м}^2/\text{г}$, средний размер частиц $0,08 \text{ мкм}$, пикнометрическая плотность $3,1 \text{ г/см}^3$, температура спекания 1100°C .

Пример 2

Осуществляют получение высокодисперсного порошка карбида вольфрама при взрыве вольфрама в ацетилене. Используют вольфрамовую проволоку марки ВА, диаметр $0,23 \text{ мм}$, длина взрываемого отрезка 74 мм . Емкость накопителя $C = 2,68 \cdot 10^{-6} \text{ ф}$, индуктивность контура $0,18 \cdot 10^{-6} \text{ Гн}$, зарядное напряжение 45 кВ . Давление ацетилена $2 \cdot 10^5 \text{ Па}$. Энергия сублимации вольфрама $e_c = 88,7 \text{ Дж/мм}^3$, энергия ионизации вольфрама $e_u = 82 \text{ Дж/мм}^3$. Отношение $e_u/e_c = 0,9$. Отношение $\rho_{ж}/\rho_{г} = 1,1$. В заготовку вводилась энергия 80 Дж/мм^3 . Время ввода энергии $0,25 \text{ мкс}$. Нарботано 2180 г порошка карбида вольфрама с выходом 87% . Средний размер частиц $0,15 \text{ мкм}$, удельная поверхность $11 \text{ м}^2/\text{г}$, плотность $16,5 \text{ г/см}^3$, температура спекания 1200°C .

Пример 3.

Осуществляют получение высокодисперсного порошка никеля при взрыве никеля в водороде. Используют никелевую проволоку с диаметром $0,7 \text{ мм}$, длина взрываемого отрезка 114 мм . Энергия сублимации никеля 111 Дж/мм^3 , отношение $e_u/e_c = 1,17$, отношение $\rho_{ж}/\rho_{г} = 1,33$. Емкость накопителя $C = 12 \cdot 10^{-6} \text{ ф}$, индуктивность контура $L = 2 \cdot 10^{-6} \text{ Гн}$, зарядное напряжение 50 кВ . Давление водорода $5 \cdot 10^5 \text{ Па}$. В заготовку вводилась энергия 133 Дж/мм^3 , время ввода энергии 15 мкс . Нарботано 1250 г порошка никеля. Средний размер частиц $0,22 \text{ мкм}$, удельная поверхность $18 \text{ м}^2/\text{г}$. Пикнометрическая плотность $8,6 \text{ г/см}^3$. Температура спекания 630°C .

Пример 4.

Осуществляют получение высокодисперсного порошка сплава $80\% \text{ масс Ni} - 20\% \text{ Cr}$ при взрыве его в гелии. Ис-

- II -

- пользуют проволоку из сплава с диаметром 0,3 мм. Длина взрываемого отрезка 100 мм. Энергия сублимации сплава 69 Дж/мм³, энергия ионизации сплава III Дж/мм³. Отношение
- 5 $e_u/e_c = 1,6$, $\rho_{ж}/\rho_{г} = 1,3$. Емкость накопителя $C = 6 \cdot 10^{-6}$ Ф, индуктивность контура $L = 2 \cdot 10^{-6}$ Гн, зарядное напряжение $U_0 = 20$ кВ. Давление гелия $8 \cdot 10^6$ Па. В заготовку вводилась энергия 62 Дж/мм³. Время ввода энергии 5 мкс. Нарботано 500 г порошка сплава Ni-Cr. Сред-
- 10 ний размер частиц 0,3 мкм. Удельная поверхность 1,7 м²/г, плотность 8,8 г/см³, температура спекания 650°C.

Осуществление способа с помощью предлагаемой установки иллюстрируется следующими примерами.

Пример 5

- | | | |
|----|--|-------------------------|
| 15 | вид исходной заготовки | - проволока алюминиевая |
| | вид газовой среды | - водород |
| | напряжение накопителя U_0 , кВ | - 50 |
| | запирающее напряжение на электродах разрядника | |
| 20 | U_1 , кВ | - 8 |
| | диаметр заготовки d , мм | - 0,3 |
| | шаг спирали H , мм | - 51 |
| | диаметр спирали D , мм | - 5,7 |
| | зазор между заземленным элект- | |
| 25 | родом реактора и заготовкой | |
| | S_1 , мм | - 1,5 |
| | зазор между узлом деформации и заземленным электродом S_2 , мм | - 6 |
| 30 | отношение величины зазора к диаметру заготовки S_1/d | - 5 |
| | отношение величины зазора к диаметру заготовки S_2/d | - 20 |
| | соотношение H/d | - 9 |
| 35 | соотношение D/d | - 19 |
| | емкость накопителя, Ф | - $2 \cdot 10^{-6}$ |
| | индуктивность контура, Гн | - $4 \cdot 10^{-7}$ |
| | сопротивление контура, Ом | - 0,05 |

- 12 -

Пример 6

- вид исходной заготовки - проволока никелевая
 вид газовой среды - аргон
- 5 напряжение накопителя U_0 , кВ - 35
 запирающее напряжение на
 электроды разрядника U_1 , кВ - 6
 диаметр заготовки d , мм - 0,3
 шаг спирали H , мм - 7,5
- 10 диаметр спирали D , мм - 3
 зазор между заземленным элект-
 родом реактора и заготовкой
 S_1 , мм - 3
 зазор между узлом деформации
 и заземленным электродом S_2 ,
 мм - 12
 отношение величины зазора
 к диаметру заготовки S_1/d - 10
 отношение величины зазора к
 диаметру заготовки S_2/d - 40
- 20 соотношение H/d - 2,5
 соотношение D/d - 10
 емкость накопителя, Ф - $2 \cdot 10^{-6}$
 индуктивность контура, Гн - $4 \cdot 10^{-7}$
- 25 сопротивление контура, Ом - 0,05

В таблице 1 представлены данные по параметрам используемых в данном способе металлов и сплавов.

В таблице 2 представлены данные по параметрам процесса по получению высокодисперсных порошков.

30

Таблица 1

№:	Вид метал- ла или сплава	Энергия сублимации, Дж/мм ³	Энергия иониза- ции, Дж/мм ³	Отношение энергии ионизации к энергии сублимации: отн.ед.	Отношение удельных сопротивле- ний, $\rho_{ж}/\rho_{т}$ отн.ед.
1	2	3	4	5	6
1	Al	33,0	57,0	1,73	2,20
2	Cu	47,5	104,0	2,20	2,10

- 13 -

Продолжение таблицы I

1	2	3	4	5	6
3	Ag	27,7	71,1	2,56	2,10
4	Fe	55,6	102,0	1,83	1,01
5	Ni	65,0	111,0	1,71	1,33
6	Sn	20,0	-	-	2,11
7	Mo	72,0	74,0	1,03	1,20
8	W	88,7	82,0	0,92	1,10
9	80Ni-20Cr	69,0	111,0	1,60	1,30
10	50Fe-50Ni	60,0	108,0	1,80	1,18

Таблица 2

№	:Материал заготовки	:Диаметр заготовки, мм	:Род газо- вой среды	:Давле- ние, Па·10 ⁵	:Отношение энергии ионизации к энергии сублимации отн. ед.
1	2	3	4	5	6
1	Алюминий	0,50	Азот	10	1,36
2	Медь	0,31	Аргон	3	1,60
3	Серебро	0,20	Воздух	0,5	1,80
4	Олово	0,45	Гелий	6	1,35
5	Никель	0,70	Водород	7	1,20
6	Железо	0,35	10% азот + аргон	2	1,80
7	Вольфрам	0,20	ацетилен	1	0,90
8	Молибден	0,25	Водород	4	1,00
9	Алюминий	0,35	20% кислород + аргон	1,5	1,50
10	Латунь	0,70	Водород	5	1,35
11	80 Ni - 20 Cr	0,30	Аргон	8	0,90
12	50 Fe - 50 Ni	0,31	50% азот + гелий	2	1,70

Продолжение таблицы 2

№	:Время воздейст- вия энер- гии, мкс :	:Размер частиц, мкм (средне- числов.):	:Интервал размеров, мкм :	:Плотность г/см :	:Темпера- тура спекания, °C :
I	7	8	9	10	11
1	3,3	0,08	0,010-0,1	3,1	1100
2	10,0	0,05	0,010-0,2	8,7	230
3	1,0	0,04	0,005-0,1	10,4	90
4	2,5	0,11	0,010-0,5	7,2	120
5	15,0	0,22	0,010-0,5	8,6	630
6	6,5	0,05	0,010-0,3	7,8	580
7	0,25	0,15	0,020-0,5	16,5	1200
8	5,0	0,20	0,010-0,5	10,0	800
9	3,5	0,09	0,010-0,2	3,8	1000
10	3,3	0,13	0,010-0,4	7,2	270
11	5,0	0,30	0,020-0,6	8,8	650
12	3,5	0,09	0,010-0,2	8,2	540

Промышленная применимость

Порошки, полученные по предлагаемому способу:
обладают повышенной химической активностью при дос-
тижении пороговых температур;

5 спекаются в режиме самораспространяющегося процесса
при чрезвычайно низких температурах;

легко образуют интерметаллические соединения;
имеют пониженную работу выхода электронов.

10 Эти свойства позволяют использовать порошки:
в качестве активаторов спекания различных материа-
лов;

для высокопрочной низкотемпературной пайки алмазов,
твердосплавных пластин, керамики, деталей и узлов элект-
роники и электронной оптики;

15 для изготовления катодов, материалов, поглощающих
электромагнитное излучение, магнитных носителей;

в качестве присадок к моторным маслам, полимерным ма-

- 15 -

териалам;

для изготовления тонких фильтров и др.

- 16 -

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения высокодисперсных порошков неорганических веществ путем взрыва металлических проволочных заготовок под воздействием импульса тока в газовой среде при повышенном давлении, отличающийся тем, что воздействие осуществляют импульсом тока при удельной энергии, передаваемой на заготовку, равной от 0,9 энергии сублимации металла заготовки до энергии его ионизации в течение не более 15 мкс, при этом используют металлические заготовки с диаметром 0,2-0,7 мм.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют заготовки из металлов и сплавов, имеющих отношение энергии ионизации к энергии сублимации равное или более 0,9.

3. Способ по п.1,2, отличающийся тем, что используют заготовки из металлов и сплавов, имеющих отношение удельных сопротивлений в жидком и твердом состоянии равное или более 1.

4. Способ по п.1-3, отличающийся тем, что используют заготовки из металлов, выбранных из ряда: алюминий, олово, медь, серебро, никель, железо, вольфрам, молибден.

5. Способ по п.1-3, отличающийся тем, что используют заготовки из сплавов, выбранных из ряда: латунь, никель-хром, железо-никель.

6. Способ по п.5, отличающийся тем, что используют заготовки из сплавов состава (% масс) 80 никеля - 20 хрома, 50 железа - 50 никеля.

7. Способ по п.1-6, отличающийся тем, что в качестве газовой среды используют газы, выбранные из группы: водород, гелий, аргон.

8. Способ по п.1-6, отличающийся тем, что в качестве газовой среды используют воздух, а также газы, выбранные из группы: азот, ацетилен или их смеси с аргоном или гелием.

9. Способ по п.1-8, отличающийся тем, что воздействие импульса тока осуществляют при давлении в газовой среде, равном $(0,5-10) \cdot 10^5$ Па.

10. Установка для получения высокодисперсных порошков неорганических материалов электрическим взрывом, включающая источник питания (1) с накопителем энергии (2), реактор для взрыва металлической проволоки-заготовки (6), снабженный двумя электродами, один из которых (8) заземлен, а второй (7) - изолирован от корпуса и подсоединен к накопителю электрической энергии, и механизм подачи заготовки (9), отличающаяся тем, что заземленный электрод (8) установлен по отношению к заготовке с зазором, равным 5-10 диаметрам заготовки и на удалении от ее конца, выходящего из механизма подачи (9), равном 20-40 диаметрам заготовки.

11. Установка по п.10, отличающаяся тем, что механизм подачи заготовки (9) изолирован от корпуса и имеет на выходе узел деформации проволоки (12) для придания ей спиралевидной формы.

12. Установка по п.11, отличающаяся тем, что узел деформации проволоки-заготовки (12) выполнен в виде втулки (20) с соосно установленным в ней стержнем (21), на поверхности которого и/или на внутренней поверхности втулки имеется спиралевидный канал (22) для пропускания проволоки-заготовки.

13. Установка по п.12, отличающаяся тем, что спиралевидный канал (22) имеет параметры, определяемые соотношениями:

$$2 < H/D < 10 \text{ и } 1 < D/d < 20, \text{ где}$$

H - шаг канала, D - диаметр канала, d - диаметр заготовки.

14. Установка по п.10, отличающаяся тем, что изолированный от корпуса электрод реактора (7) подсоединен к накопителю энергии (2) через коммутатор (3), состоящий из делителя напряжения (4) и двухэлектродного разрядника (5), причем делитель напряжения подсоединен параллельно накопителю, а низковольтное плечо делителя подсоединено к электроду разрядника, соединенному с электродом реактора.

- 18 -

15. Установка по п.10, отличающаяся тем, что она снабжена сборником порошка (18), соединенным патрубками (16 и 17) с реактором.

1/2

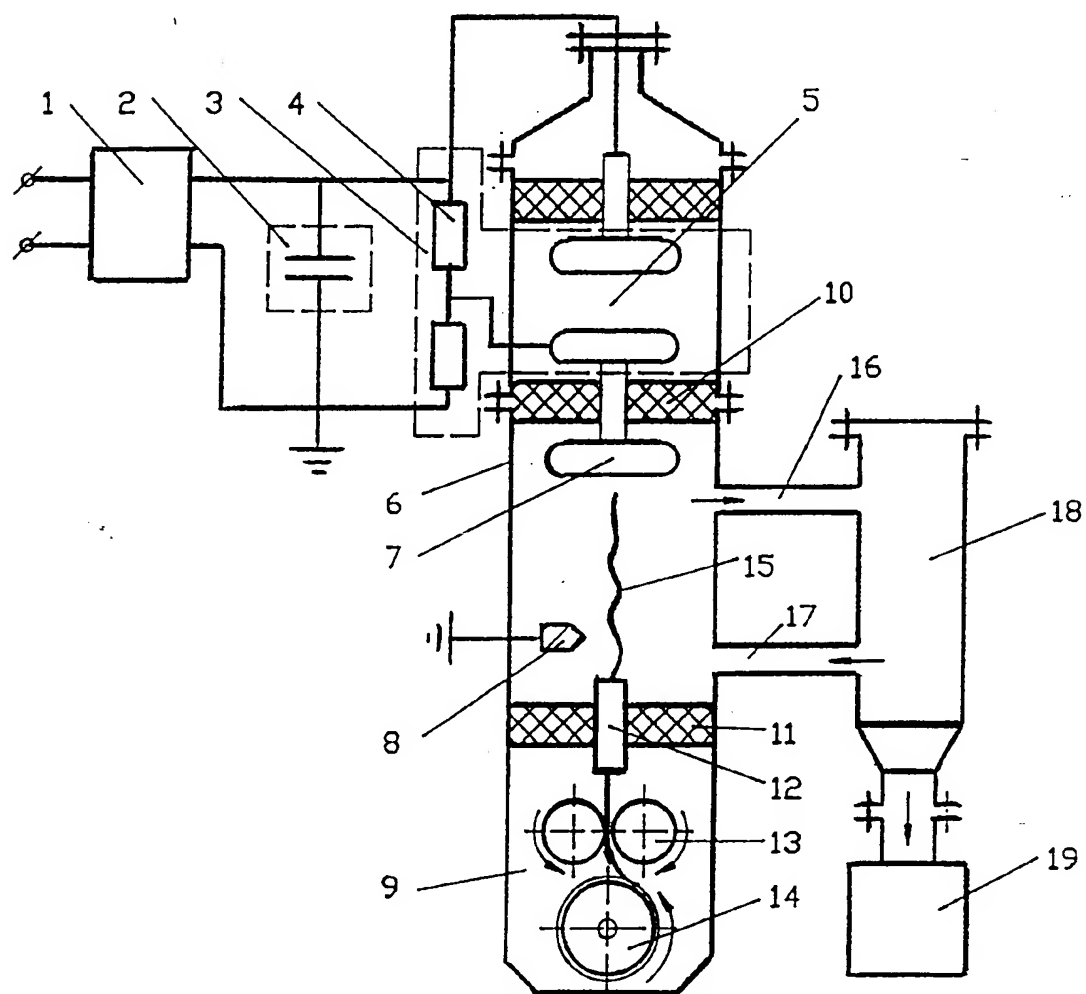


Fig. 1

2/2

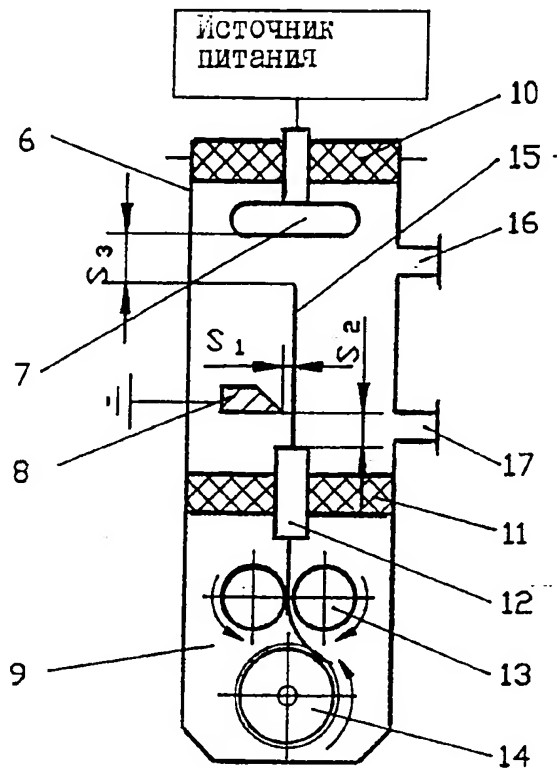


Fig. 2

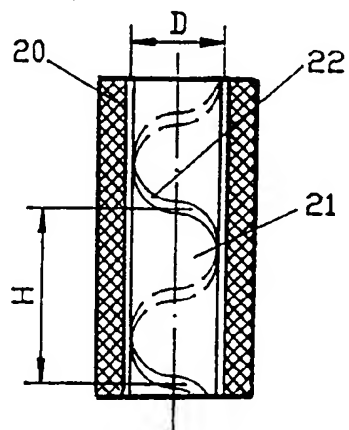


Fig. 3

3.
arched
)
nt to claim No.
15
15.
15
15
ing date or priority cited to understand
vention cannot be volve an inventive
vention cannot be s the document is s, such combination
t

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 92/00064

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.5 B22F 9/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.5 B22F 9/00, 9/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	SU, A2, 103068 (DAVYDOV A.S. et AL.), 17 August 1959 (17.08.59) ---	1-15
A	SU, A1, 829199 (INSTITUT VYSOKIKH TEMPERATUR) 25 May 1981 (25.05.81) ---	1-15.
A	US, A, 3634040 (RICHARD L. JOHNSON), 11 January 1972 (11.01.72), cited in the description ---	1-15
A	FR, A1, 2222159 (INDUSTRIAL MATERIALS TECHNOLOGY, INCORPORATED), 18 November 1974 (18.10.74)	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"B" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 June 1992 (25.06.92)

Date of mailing of the international search report

28 July 1992 (28.07.92)

Name and mailing address of the ISA/

ISA/RU


Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка № PCT/RU 92/00064

I. КЛАССИФИКАЦИЯ ОБЪЕКТА ИЗОБРЕТЕНИЯ (если применяются несколько классификационных индексов, укажите все) ¹		
В соответствии с Международной классификацией изобретений (МКИ) или как в соответствии с национальной классификацией, так и с МКИ 5 B22F 9/14		
II. ОБЛАСТИ ПОИСКА		
Минимум документации, охваченной поиском ⁷		
Система классификации	Классификационные рубрики	
МКИ⁵	B22F 9/00, 9/14	
Документация, охваченная поиском и не входившая в минимум документации, в той мере, насколько она входит в область поиска ⁸		
III. ДОКУМЕНТЫ, ОТНОСЯЩИЕСЯ К ПРЕДМЕТУ ПОИСКА⁹		
Категория [*]	Ссылка на документ ¹⁰ , с указанием, где необходимо, частей, относящихся к предмету поиска ¹¹	Относится к пункту формулы № ¹²
A	SU, A2, 103068 (ДАВЫДОВ А.С. и другие), 17 августа 1959 (17.08.59)	I-15
A	SU, A1, 829199 (ИНСТИТУТ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУР АН СССР), 25 мая 1981 (25.05.81)	I-15
A	US, A, 3634040 (RICHARD L. JOHNSON), 11 января 1972 (11.01.72), указано в описании	I-15
A	FR, A1, 2222159 (INDUSTRIAL MATERIALS TECHNOLOGY, INCORPORATED), 18 октября 1974 (18.10.74)	I-15
<p>[*] Особые категории ссылочных документов¹³:</p> <p>.A* документ, определяющий общий уровень техники, который не имеет наиболее близкого отношения к предмету поиска.</p> <p>.E* более ранний патентный документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее.</p> <p>.L* документ, подвергающий сомнению приоритет, или который приводится с целью установления даты публикации другого ссылочного документа, а также в других целях (как указано).</p> <p>.O* документ, относящийся к устному раскрытию, применению, выставке и т. д.</p> <p>.P* документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты истечения срока приоритета.</p> <p>.T* более поздний документ, опубликованный после даты международной подачи или даты приоритета и не порочащий заявку, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение.</p> <p>.X* документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; заявленное изобретение не обладает новизной и изобретательским уровнем.</p> <p>.Y* документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; документ в сочетании с одним или несколькими подобными документами порочит изобретательский уровень заявленного изобретения, такое сочетание должно быть очевидно для лица, обладающего познаниями в данной области техники.</p> <p>.Z* документ, являющийся членом одного и того же патентного семейства.</p>		
IV. УДОСТОВЕРЕНИЕ ОТЧЕТА		
Дата действительного завершения международного поиска 25 ИЮНЯ 1992 (25.06.92)		Дата отправки настоящего отчета о международном поиске 28 ИЮЛЯ 1992 (28.07.92)
Международный поисковый орган ISA/RU		Подпись уполномоченного лица  В.Казанков